

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI  
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

009446870 \*\*Image available\*\*

WPI Acc No: 1993-140392/199317

XRAM Acc No: C93-062817

**Coating material for protecting coloured liq. crystal display - comprises an polyepoxy-polyacrylate polymer, polycarboxylic acid, acryl cpd. and cpd. having alkoxy-silane and epoxy gps.**

Patent Assignee: JAPAN SYNTHETIC RUBBER CO LTD (JAPS )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 5078453	A	19930330	JP 91269110	A	19910920	199317 B
JP 3074850	B2	20000807	JP 91269110	A	19910920	200042

Priority Applications (No Type Date): JP 91269110 A 19910920

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 5078453	A	8	C08G-059/40	
JP 3074850	B2	7	C08G-059/40	Previous Publ. patent JP 5078453

Abstract (Basic): JP 5078453 A

Compsns. comprises (a) polymer having repeat unit (above 20 wt. %) of formula (I) (where R= H or 1-5C alkyl; and m= 1-8), (b) polycarboxylic acids and/or polycarboxylic acid anhydrides, (c) acryl cpds. and (d) cpds. having both alkoxy silane gps. and epoxy gps.

Pref. acryl cpd. (c) includes phenoxy polyethylene glycol (meth)acrylate, polyethylene glycol di(meth)acrylate, dipentaerythritol hexa(meth)acrylate or trimethylolpropane tri(meth)acrylate.

USE/ADVANTAGE - The compsn. gives cured membrane having excellent smooth surface, adhesion and resistance to chemicals, and is used for protective materials esp. for coloured liq. crystal-displaying elements using the super-twisted nematic(STN) process.

In an example, 70 wt. % of glycidyl methacrylate and 30 wt. % of styrene are added into 300 ml of ethyl cellosolve. 0.5 pt. wt. of AIBN is added and polymerisation is carried out at 80 deg. C for 3 hrs. The soln. (concn. = 25 wt. %) is obtd. 80 pts. wt. of the soln. 4 pts. wt. of trimellitic acid anhydride, 4 pts. wt. of the acryl cpd. (ARONIKKUS M-450), 6 pts. wt. of beta-(3, 4-epoxy-cyclohexyl) ethyl trimethoxysilane, 0.1 pt. wt. of 2-ethyl-4-methyl-imidazole and 0.01 pt. wt. of surfactant are mixed. The mixt. is coated (thickness= 2 micron) on a glass plate and heated at 200 deg. C for 1 hr. to give cured membrane having pencil hardness of 4-5 H, smooth surface and good resistance to alkali, acid and heat.

Dwg. 0/0

Title Terms: COATING; MATERIAL; PROTECT; COLOUR; LIQUID; CRYSTAL; DISPLAY; COMPRISE; POLYEPOXIDE; POLYACRYLATE; POLYMER; POLY; CARBOXYLIC; ACID; ACRYL; COMPOUND; COMPOUND; ALKOXY; SILANE; EPOXY; GROUP

Derwent Class: A21; A85; G02; L03

International Patent Class (Main): C08G-059/40

International Patent Class (Additional): C08G-059/20; C08G-059/42;

C08K-005/54; C08L-063/00; C09D-163/00

File Segment: CPI

DIALOG(R)File 347:JAPIO  
(c) 2000 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

04086753 \*\*Image available\*\*

PROTECTING FILM MATERIAL

PUB. NO. : 05-078453 [JP 5078453 A]

PUBLISHED: March 30, 1993 (19930330)

INVENTOR(s): TOGO MAKIKO

FUJII OSAMU

ENDO MASAYUKI

YOKOYAMA YASUAKI

APPLICANT(s): JAPAN SYNTHETIC RUBBER CO LTD [000417] (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

APPL. NO.: 03-269110 [JP 91269110]

FILED: September 20, 1991 (19910920)

INTL CLASS: [5] C08G-059/40; C08G-059/20; C08G-059/42; C08K-005/54;  
C08L-063/00; C09D-163/00

JAPIO CLASS: 14. 2 (ORGANIC CHEMISTRY -- High Polymer Molecular Compounds);  
14. 7 (ORGANIC CHEMISTRY -- Coating Material Adhesives)

JAPIO KEYWORD: R124 (CHEMISTRY -- Epoxy Resins)

JOURNAL: Section: C, Section No. 1090, Vol. 17, No. 406, Pg. 68, July 29, 1993 (19930729)

ABSTRACT

PURPOSE: To obtain the subject material useful for a protecting film for optical devices, having excellent ITO sputtering resistance by blending a specific polymer with a polyfunctional carboxylic acid, etc., an acrylic compound and a compound containing an alkoxy silane group and epoxy group.

CONSTITUTION: (A) A polymer containing 20wt.% (preferably 30-70wt.%) constituent unit of the formula (R is H or 1-5C alkyl; (m) is 1-8) is blended with (B) one or more compounds selected from \$ polyfunctional carboxylic acid anhydrides (preferably aromatic polyfunctional carboxylic acid anhydride such as phthalic anhydride) and polyfunctional carboxylic acids (preferably phthalic acid) as curing agent, (C) an acrylic compound (preferably tri-or polyfunctional acrylic compound), (D) a compound (e.g. triglycidoxypropyltrimethoxysilane) and optionally a curing promoter, a surfactant, etc., to give the objective material.

?

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-78453

(43)公開日 平成5年(1993)3月30日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 08 G 59/40	NKF	8416-4 J		
59/20	NHW	8416-4 J		
59/42	NHY	8416-4 J		
C 08 K 5/54	NLC	7167-4 J		
C 08 L 63/00		8416-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数1(全8頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平3-269110

(22)出願日 平成3年(1991)9月20日

(71)出願人 000004178

日本合成ゴム株式会社

東京都中央区築地2丁目11番24号

(72)発明者 東郷 真紀子

東京都中央区築地二丁目11番24号 日本合成ゴム株式会社内

(72)発明者 藤井 修

東京都中央区築地二丁目11番24号 日本合成ゴム株式会社内

(72)発明者 遠藤 昌之

東京都中央区築地二丁目11番24号 日本合成ゴム株式会社内

(74)代理人 弁理士 岩見谷 周志

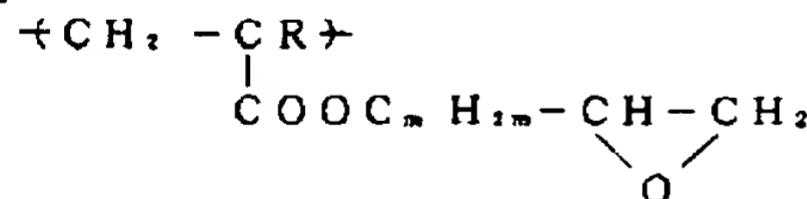
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 保護膜材料

(57)【要約】

【構成】 本発明の保護膜材料は、(A) 下記一般式、

【化1】

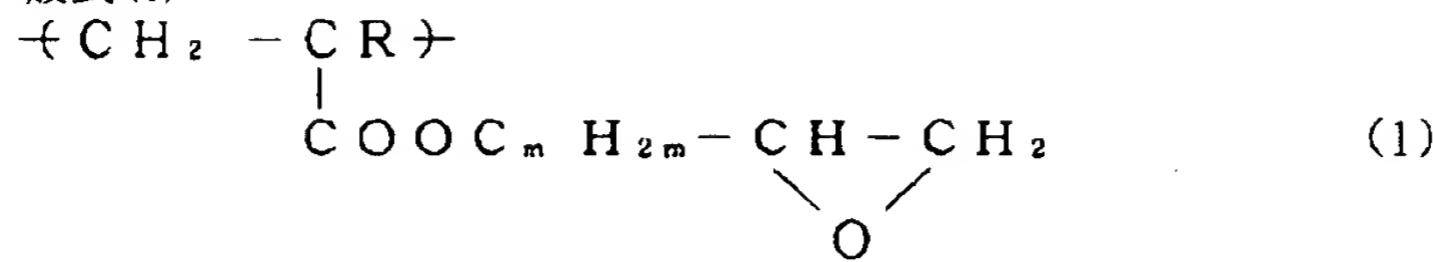


〔式中、Rは水素原子または低級アルキル基、mは1～8の整数である〕で表される構成単位を少なくとも20重量%有するアクリル系重合体をベース成分とし、これに、(B) 多価カルボン酸またはその無水物、(C) 热によりラジカル反応が可能なアクリル化合物および(D) アルコキシシラノ基とエポキシ基とを有する化合物を配合して成るものである。

【効果】 光デバイス用保護膜に要求される耐ITOスパッタ性、耐酸性、耐アルカリ性、耐溶剤性、耐熱性等の特性に優れないとともに、基板表面の凹凸を小さくする平坦化作用を有する保護膜を形成することができ、表示むらのないSTNパネルを作製することができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (A) 下記一般式(1)



〔式中、Rは、水素原子または炭素原子数1～5のアルキル基を示し、mは、1～8の整数を示す〕で表される構成単位を少なくとも20重量%含有している重合体、

(B) 多価カルボン酸無水物および多価カルボン酸から選択された少なくとも1種の化合物、

(C) アクリル化合物、

および、

(D) アルコキシシラノ基とエポキシ基とを有する化合物、

を含有して成る保護膜材料。

## 【発明の詳細な説明】

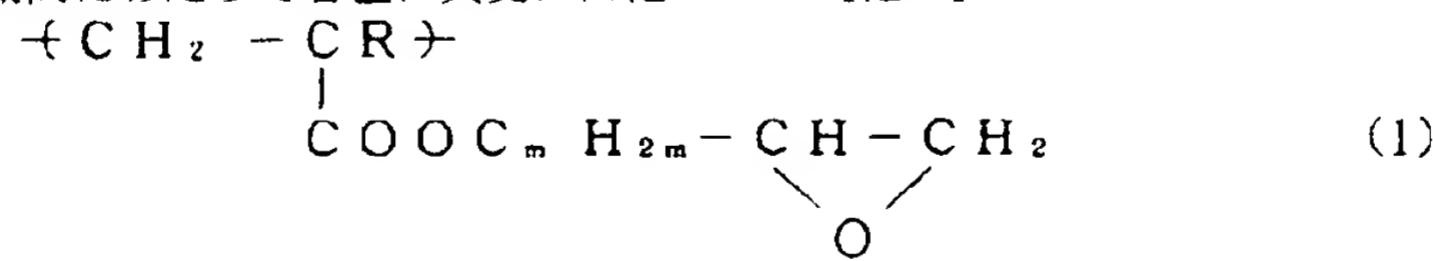
【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、熱硬化性樹脂組成物から成る光デバイス用として好適な保護膜材料に関する。

【0002】

【従来技術】液晶表示素子等の表示素子においては、その製造工程中に、溶剤、酸またはアルカリ溶液等に浸漬処理が行なわれたり、また配線電極層のスパッタリングによる製膜時にその表面が局部的に高温に曝される。従って、このような処理によって素子が劣化あるいは損傷することを防止するために、これらの処理に対して耐性を有する薄膜の保護膜層を設けることが行なわれている。

【0003】このような保護膜においては、基体または下層、さらにその上に形成する層への接着性が高く、膜自体が平滑で強靭であること、透明であること、耐熱性および耐光性が高く長期間にわたって着色、黄変、白化



〔式中、Rは、水素原子または炭素原子数1～5のアルキル基を示し、mは、1～8の整数を示す〕で表される構成単位を少なくとも20重量%含有している重合体（以下、「重合体A」という）、

(B) 多価カルボン酸無水物および多価カルボン酸から選択された少なくとも1種の化合物、

(C) アクリル化合物、

および、

(D) アルコキシシラノ基とエポキシ基とを有する化合物、

を含有して成る保護膜材料が提供される。この保護膜材

## 【化1】

等の変質をしないこと、耐水性、耐溶剤性、耐酸性および耐アルカリ性が優れていること等の性能が要求される。これらの諸特性を満たす保護膜材料としては、例えば特開昭60-217230号公報等に開示されている熱硬化性組成物が知られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】然しながら、例えばスーパーツイステッドネマチック(STN)方式のカラー液晶表示素子の場合には、これまでのツイステッドネマチック(TN)方式の液晶表示素子の場合に比して、セルギャップの均一性が非常に重要となっているため、基板表面の平坦性が要求される。基板表面が平坦でないと、表示ムラが発生するためである。

【0005】これまでの保護膜層は、主にTN方式の液晶パネルに使用されることが多かったため、平坦化性を問われることは少なく、実際にカラーフィルター基板上に形成されている保護膜層を調べると、カラーフィルター製造によって生じた表面凹凸が殆どそのまま保護膜層表面にも発現していた。

【0006】従って本発明は、上述した従来技術の欠点に鑑み、カラーフィルター上に、その凹凸を小さくする効果を有する保護膜を形成し得る、特にSTN用として好適な保護膜材料を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、

(A) 下記一般式(1)

【化2】

料は、高濃度かつ低粘度を実現することができるためには、基板上の凹凸を平坦化する高い能力を持ち、なおかつ高い架橋密度が得られるために、各種耐性に優れた保護膜層を形成することができる。

【0008】成分(A)

本発明の保護膜材料において、ベース成分である成分(A)の重合体Aは、上記のように、一般式(1)で表される構成単位を有している。この一般式(1)において、mは、1～8、好ましくは1～4の整数である。またRは、水素原子または炭素数1～5の低級アルキル基である。この低級アルキル基は、直鎖状および分岐鎖状の何

れであってもよく、例えばメチル、エチル、*n*-ブロピル、イソブロピル、*n*-ブチル、イソブチル、sec-ブチル、*t*-ブチルおよび*n*-ペンチル等を例示することができる。

【0009】上記一般式(1)で表される構成単位を導入するために使用される单量体としては、例えば(メタ)アクリル酸グリシジル、 $\alpha$ -エチルアクリル酸グリシジル、 $\alpha$ -*n*-ブロピルアクリル酸グリシジル、 $\alpha$ -*n*-ブチルアクリル酸グリシジル、(メタ)アクリル酸-3,4-エボキシブチル、(メタ)アクリル酸-4,5-エボキシペンチル、(メタ)アクリル酸-6,7-エボキシヘプチル、 $\alpha$ -エチルアクリル酸-6,7-エボキシヘプチル等を挙げることができる。これらの中で、特に(メタ)アクリル酸グリシジルが好ましい。これらの单量体は、1種単独または2種以上の組み合わせで使用することができる。

【0010】これら单量体から導入される一般式(1)で表される構成単位は、塗膜中の架橋反応を有効に行なうために、重合体A中に少なくとも20重量%含まれていることが必要であるが、特に30~70重量%の割合で含まれていることが好適である。

【0011】重合体Aは、一般式(1)で表される構成単位以外の他の構成単位を、80重量%以下、特に70~30重量%の割合で含んでいてよいが、このような他の構成単位を導入するための共单量体としては、例えば(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸ブチル、(メタ)アクリル酸-2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸フェニル、(メタ)アクリル酸シクロヘキシル、(メタ)アクリル酸ジシクロペニタニル、(メタ)アクリル酸ジシクロペニタニルオキシエチル、(メタ)アクリル酸イソボロニルの如き(メタ)アクリル酸のエステル；スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、*p*-メチルスチレン、ビニルナフタレンの如きビニル芳香族系化合物を挙げることができる。

【0012】重合体Aの分子量は、本発明の保護膜材料の溶液を均一に塗布することが可能である限り特に限定されず、形成する塗膜の厚さ、塗布条件、目的等に応じて適宜選択されが、通常ポリスチレン換算重量平均分子量が5,000~300,000の範囲にあることが好適である。また本発明において使用するこの重合体Aは、上述した構成単位を有する限りにおいて、前述した各单量体のランダム共重合体あるいはブロック共重合体であってよい。

### 【0013】成分(B)

本発明の保護膜材料において、成分(B)として使用される多価カルボン酸無水物または多価カルボン酸は、重合体Aの硬化剤として作用するものである。

【0014】多価カルボン酸無水物としては、例えば無水イタコン酸、無水コハク酸、無水シトラコン酸、無水ドデセニルコハク酸、無水トリカルバニル酸、無水マレ

イン酸、無水ヘキサヒドロフタル酸、無水メチルテトラヒドロフタル酸、無水ハイミック酸等の脂肪族ジカルボン酸無水物、1,2,3,4-ブタンテトラカルボン酸二無水物、シクロペニタニテトラカルボン酸二無水物等の脂環族多価カルボン酸二無水物、無水フタル酸、無水ピロメリット酸、無水トリメリット酸、無水ベンゾフェノンテトラカルボン酸等の芳香族多価カルボン酸無水物、エチレングリコールビス無水トリメリテート、グリセリントリス無水トリメリテート等のエステル基含有酸無水物を例示することができる。これらの内、特に芳香族多価カルボン酸無水物が、耐熱性の見地から好適である。

【0015】また多価カルボン酸としては、例えばコハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ブタンテトラカルボン酸、マレイン酸、イタコン酸等の脂肪族多価カルボン酸、ヘキサヒドロフタル酸、1,2-シクロヘキサンジカルボン酸、1,2,4-シクロヘキサントリカルボン酸、シクロペニタニテトラカルボン酸等の脂環族多価カルボン酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、トリメリット酸、ピロメリット酸、1,2,5,8-ナフタレンテトラカルボン酸等の芳香族多価カルボン酸を例示することができる。特に、反応性、耐熱性等の見地から芳香族多価カルボン酸が好適である。

【0016】これらの成分(B)の多価カルボン酸無水物または多価カルボン酸は、単独または2種以上の組み合わせで使用することができ、通常、重合体A 100重量部当り1~100重量部、特に3~50重量部の割合で使用することができる。これよりも少ないと形成される保護膜の架橋密度が十分でなく、各種耐性が低下し、また多すぎると未反応の硬化剤成分が保護膜中に多く残り、この結果として膜の性質が不安定になったり、密着性が低下したりする。

### 【0017】成分(C)

成分(C)のアクリル化合物も硬化剤として作用するものであるが、特に保護膜に平坦化作用を与える。このようなアクリル化合物には、單官能性、二官能性または三官能以上の多官能性のものがあり、通常熱によるラジカル反応が可能なエステル化物が用いられる。

【0018】單官能性のアクリル化合物としては、フェノキシボリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ノニルフェノキシボリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ノニルフェノキシボリプロピレングリコール(メタ)アクリレート等があり、これらは例えば、アロニックスM-101、同M-111、同M-114(東亜合成化学工業(株)製)、V158、V2311(大阪有機化学工業(株)製)等の商品名で市販されている。

【0019】二官能性のアクリル化合物としては、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、エチレンオキサイド変性ビスフェノールAジ(メタ)アクリレート、ヘキサメチレングリコールジ(メタ)アクリレート等があり、これらは例えば、アロニックスM-210、同

M-240、同M-6200（東亜合成化学工業（株）製）、KAYARAD HDDA、同HX-220、同R-604、同R-629（日本化薬（株）製）、V260、V-312、V-335 HP（大阪有機化学工業（株）製）等の商品名で市販されている。

【0020】三官能性以上の多官能性アクリル化合物としては、ジペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ジトリメチロールプロパンテトラ（メタ）アクリレート等があり、これらは例えば、アロニックスM-400、同M-405、同M-450、同M-7100、同M-8030、同M-8060（東亜合成化学工業（株）製）、KAYARAD TMPTA、同DPCA-20、同DPCA-30、同DPCA-60、同DPCA-120（日本化薬（株）製）、VGPT（大阪有機化学工業（株）製）等の商品名で市販されている。

【0021】これらのアクリル化合物の中で3官能以上のアクリル化合物が好ましく、特にオキシエチレンのようなオキシアルキレン構造を含まない3官能以上のアクリル化合物が好ましい。これらの市販として、例えばアロニックスM-400、同M-405、同M-450、同M-7100、同M-8030、同M-8060、KAYARAD TMPTA等が挙げられる。

【0022】これら成分(C)のアクリル化合物は、単独または2種以上組み合わせて使用することができ、その使用量は、通常(A)成分100重量部当り、5～200重量部、特に10～100重量部の範囲が好適である。当該範囲よりも少ないと十分な平坦化性が得られず、また当該範囲よりも多いと保護膜形成時に膜荒れや相分離が生じたり、あるいは膜の耐熱性が低下することがある。

#### 【0023】成分(D)

成分(D)のアルコキシシラノ基とエポキシ基とを有する化合物は、上記成分(C)とともに保護膜に平坦化作用を与えるとともに、保護膜に密着性を付与する。

【0024】このような化合物としては、例えば $\gamma$ -アグリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\beta$ -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -アグリシドキシプロピルジエトキシシラン等を挙げることができ、これらは単独または2種以上の組み合わせで使用することができる。

【0025】この成分(D)の化合物の使用量は、一般に、(A)成分100重量部当り、0.1～200重量部、特に5～150重量部の範囲が好適である。当該範囲よりも少ないと保護膜と基板との間に十分な密着性が得られず、また十分な平坦化性が得られない。さらに当該範囲よりも多いと保護膜の耐アルカリ性、耐溶剤性等が低下することがある。

#### 【0026】その他の配合剤

本発明の保護膜材料においては、上述した(A)～(D)成

分以外に、必要に応じて他の配合剤、例えば硬化促進剤、界面活性剤、紫外線吸収剤等を配合することができる。

【0027】硬化促進剤は、(A)および(D)成分と(B)成分との反応を促進させるために使用されるものであり、一般に2級窒素原子または3級窒素原子を含むヘテロ環構造を有する化合物が用いられる。具体的には、ピロール、イミダゾール、ピラゾール、ピリジン、ピラジン、ピリミジン、インドール、インダゾール、ベンズイミダゾール、イソシアヌル酸等を例示することができる。これらの中でも、2-メチルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール、2-ヘプタデシリミダゾール、4-メチル-2-フェニルイミダゾール、1-ベンジル-2-メチルイミダゾール、2-エチル-4-メチル-1-(2'-シアノエチル)イミダゾール、2-エチル-4-メチル-1-[2'-(3",5"-ジアミノトリアジニル)エチル]イミダゾール、ベンズイミダゾール等のイミダゾール誘導体が好適であり、最も好適には、2-エチル-4-メチルイミダゾール、4-メチル-2-フェニルイミダゾール、1-ベンジル-2-メチルイミダゾールが使用される。これらの硬化促進剤は、単独または2種以上の組み合わせで使用することができ、一般に成分(A)100重量部当り0～30重量部、特に好ましくは0.1～10重量部の割合で使用されることが望ましい。

【0028】界面活性剤としては、フッ素系およびシリコーン系のものを好適に使用することができる。フッ素系界面活性剤としては、末端、主鎖および側鎖の少なくとも何れかの部位にフルオロアルキルまたはフルオロアルキレン基を有する化合物が好適であり、具体的には、1,1,2,2-テトラフロロオクチル(1,1,2,2-テトラフロロプロピル)エーテル、1,1,2,2-テトラフロロオクチルヘキシルエーテル、オクタエチレングリコールジ(1,1,2,2-テトラフロロブチル)エーテル、ヘキサエチレングリコールジ(1,1,2,2,3,3-ヘキサフロロペンチル)エーテル、オクタブロピレングリコールジ(1,1,2,2-テトラフロロブチル)エーテル、ヘキサブロピレングリコールジ(1,1,2,2,3,3-ヘキサフロロペンチル)エーテル、パーコロドデシルスルホン酸ナトリウム、1,1,2,2,8,8,9,9,10,10-デカフロドデカン、1,1,2,2,3,3-ヘキサフロロデカン等を挙げることができる。またこれらの市販品としては、BM-1000、BM-1100(BM Chemie社製)、メガファックF142D、同F172、同F173、同F183（大日本インキ化学工業（株）製）等を挙げることができる。

【0029】またシリコーン系界面活性剤としては、例えばトーレシリコーンDC3PA、同SH7PA、同DC11PA、同SH21PA、同SH28PA、同SH29PA、同SH30PA（トーレシリコーン（株）製）、TSF-4440、TSF-4300、TSF-4445、TSF-444

6、T S F - 4460、T S F - 4452（東芝シリコーン（株）製）等の市販品を挙げることができる。

【0030】これら界面活性剤は単独または2種以上の組み合わせで使用することができ、またその使用量は、その種類や（A）～（D）の各成分の種類や濃度等によっても異なるが、一般に成分（A）100重量部当り0～5重量部、特に0.001～2重量部の範囲が好適である。

#### 【0031】保護膜材料

本発明の保護膜材料は、上述した各成分を均一に混合することによって容易に調製することができ、適當な溶媒に溶解させて溶液の形で使用に供される。用いる溶媒としては、各成分を均一に溶解させることができ、且つ各成分と反応しないものであれば特に制限されないが、一般的には塗膜の形成のし易さからセロソルブアセテート系およびジグライム系の溶剤が好適であり、特にエチルセロソルブアセテート、エチルカルビトールアセテート、ジエチレングリコールジメチルエーテルおよびジエチレングリコールジエチルエーテルが好適である。これらの溶剤は、単独でまたは2種類以上を組み合わせて使用することができる。この組成物の溶液の濃度は特に制限されず、使用目的に応じて適宜選定することができるが、通常固形分濃度が5～50重量%程度で使用される。

【0032】本発明においては、上述した保護膜材料の溶液を、所定の基体表面に塗布し、加熱により硬化することによって所望の保護膜を形成することができる。基体表面への塗布方法は特に限定されず、例えばスプレー法、ロールコート法、回転塗布法等の各種の方法を採用することができる。本発明の保護膜材料の熱硬化条件は、各成分の具体的種類、配合割合等によっても異なるが、通常は、150～250℃で0.2～1.5時間程度である。

【0033】本発明の保護膜材料から形成される保護膜は、以下の実施例から明らかな通り、各種物性とともに平坦化性に優れており、例えばカラーフィルター等の光デバイス用の保護膜として極めて好適である。次に実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

#### 【0034】

##### 【実施例】

###### 実施例1～5

(1) 重合体Aの合成；表1の（A）成分の欄に示す单量体を、該欄中（A）成分の欄に示す重量比で使用し、その合計量100重量部を、エチルセロソルブアセテート300重量部に混合し、重合開始剤としてアゾビスイソブチロニトリル（AIBN）0.5重量部を添加し、80℃で3時間重合させることで重合体Aの濃度25重量%の溶液を得た。

【0035】(2) 保護膜材料の調製；上記重合体溶液100重量部（重合体A：25重量部）をエチルセロソルブア

セテート25重量部で希釈した後、表1に示す配合処方にしたがって、（B）～（D）およびそれ以外の成分を加え、十分攪拌して保護膜材料を得た。

#### 【0036】(3) 保護膜の形成：

##### (3-1) 諸耐性評価用保護膜

上記保護膜材料をガラス基板上に、膜厚が2μmになるように塗布し、クリーンオーブン中、200℃で1時間熱硬化を行なって保護膜を形成した。

##### (3-2) 密着性および平坦化性評価用保護膜

ガラス基板（コーニング7059、ダグラス ダウコーニング社製）上にゼラチンと重クロム酸カリウム溶液を用いて、常法によりストライプ状の赤、青、緑の3色のカラーフィルターのついた基板を作成した（ストライプ幅150μm）。この基板の表面凹凸を、α-ステップ（テンコール社製）にて調べたところ、1.0μmであった。この基板上に、上記(3-1)と同様に、保護膜材料を塗布、熱硬化して、保護膜を形成した。

#### 【0037】(4) 保護膜の評価

上記(3-1)および(3-2)で得られた保護膜について、以下に示す評価を行い、その結果を表2に示した。

#### 【0038】密着性

JIS K-5400(1990)8.5付着性のうち、8.5・2碁盤目テープ法にしたがって、前記(3-1)、(3-2)で作成された保護膜に100個の碁盤目をカッターナイフで形成し、その密着性の評価を行なった。尚、この密着性は、剥離した碁盤目の数により、次の基準で評価した。

○：5個以下

△：6～49個

×：50個以上

#### 【0039】表面硬度

JIS K-5400(1990)8.4の鉛筆引っかき試験のうち、8.4・1試験法に準拠し、(3-1)で作成された保護膜について、保護膜に生じたすり傷によって、表面硬度の評価を行なった。

#### 【0040】耐酸性

(3-1)で作成された保護膜を、基板とともに、20重量%塩化水素水溶液中に40℃で10分間、浸漬後の外観変化により、評価を行なった。

#### 【0041】耐アルカリ性

(3-1)で作成された保護膜を、基板とともに、10重量%水酸化ナトリウム水溶液中に40℃で60分間、浸漬後の外観変化により、評価を行なった。

#### 【0042】耐熱性

(3-1)で作成された保護膜の熱処理（クリーンオーブン中、250℃×60分間）前後の透過スペクトル（400～700nm）を比較することにより評価した。評価基準は次の通りである。

○：スペクトル変化1%以内

×：スペクトル変化1%以上

#### 【0043】平坦化性

(3-2) で作成された保護膜を有するC F 基板の表面凹凸を、 $\alpha$ -ステップによって調べ、下記式で平坦化率(%)を算出し、評価した。

$$\text{平坦化率} = \frac{\text{保護膜形成後の基板表面の凹凸 } (\mu\text{m})}{\text{保護膜形成前の基板表面の凹凸 } (\mu\text{m})} \times 100 \text{ (%)}$$

【0044】  
【数1】

【0045】比較例1

実施例1で用いた各成分のうち、(C)成分を使用しなかった以外は実施例1と全く同様にして保護膜材料の調製および保護膜の作成を行い、その評価を行なった。結果を表2に示す。

【0046】比較例2

実施例1で用いた各成分のうち、(D)成分を使用しなかった以外は実施例1と全く同様にして保護膜材料の調製および保護膜の作成を行い、その評価を行なった。結果を表2に示す。

【0047】  
【表1】

表1

	成分(A)	成分(B)	成分(C) 市販品	成分(D)	硬化促進剤	界面活性剤 市販品
実施例 1	コポリ[グリジルメタクリレート(70) -エチレン(30)] 20重量部	トリリット酸無水物 M-450 4重量部	アロニックス M-450 4重量部	$\beta$ -(3,4-二オキシカロヘキシル) エチルトリメトキシラン 6重量部	2-1フェル-4- メチルミダゾール 0.1重量部	メガフックF172 0.01重量部
実施例 2	コポリ[グリジルメタクリレート(50) -ジクロハキルメタクリレート(50)] 20重量部	トリリット酸無水物 M-400 6重量部	アロニックス M-400 4重量部	$\gamma$ -グリジドキシプロピル トリメトキシラン 7重量部	2-ヘキサデシル ビダゾール 0.1重量部	—
実施例 3	コポリ[グリジルメタクリレート(60) -ジシクロベンタニルメタクリレート(40)] 20重量部	無水フタル酸 M-405 4重量部	アロニックス M-405 5重量部	$\gamma$ -グリジドキシプロピル トリメトキシラン 5重量部	1-ベンジル-2- メチルミダゾール 0.1重量部	トーレシリコーン SH29PA 0.02重量部
実施例 4	コポリ[グリジルメタクリレート(50) -イソブチルメタクリレート(50)] 20重量部	トリリット酸無水物 M-8030 5重量部	アロニックス M-8030 6重量部	$\gamma$ -グリジドキシプロピル メチルジエトキシラン 10重量部	2-1フェル-4- メチルミダゾール 0.3重量部	—
実施例 5	コポリ[グリジルメタクリレート(70) -ジクロハキルメタクリレート(30)] 20重量部	トリリット酸 M-8060 3重量部	アロニックス M-8060 4重量部	$\gamma$ -グリジドキシプロピル トリメトキシラン 12重量部	1-ベンジル-2- メチルミダゾール 0.2重量部	メガフックF172 0.005重量部
比較例 1	コポリ[グリジルメタクリレート(70) -エチレン(30)] 20重量部	トリリット酸無水物 — 4重量部	— —	$\beta$ -(3,4-二オキシカロヘキシル) エチルトリメトキシラン 6重量部	2-1フェル-4- メチルミダゾール 0.1重量部	メガフックF172 0.01重量部
比較例 2	コポリ[グリジルメタクリレート(70) -エチレン(30)] 20重量部	トリリット酸無水物 M-450 4重量部	アロニックス M-450 4重量部	— —	2-1フェル-4- メチルミダゾール 0.1重量部	メガフックF172 0.01重量部

成分(A)において、( )中の数値は重量%を表す。

表2

基板	密着性		表面硬度	耐酸性	耐アルカリ性	耐熱性	平坦化率(%)
	G	F	G	G	G	G	F
実施例 1	○	○	4～5 H	変化ナシ	変化ナシ	○	0.32
実施例 2	○	○	4 H	変化ナシ	変化ナシ	○	0.25
実施例 3	○	○	4 H	変化ナシ	変化ナシ	○	0.15
実施例 4	○	○	4 H	変化ナシ	変化ナシ	○	0.21
実施例 5	○	○	5 H	変化ナシ	変化ナシ	○	0.20
比較例 1	○	○	4 H	変化ナシ	変化ナシ	○	0.86
比較例 2	×	△	4～5 H	変化ナシ	基板より剥離	○	0.65

G : ガラス上

F : カラーフィルター上

## 【0049】

【発明の効果】本発明の保護膜材料は、種々の耐性に優れているとともに、例えばカラーフィルター表面の凹凸

ないし段差を小さくする平坦化性に優れた保護膜を形成する。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 5 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所  
C 09 D 163/00 P J K 8416-4 J

(72) 発明者 横山 泰明  
東京都中央区築地二丁目11番24号 日本合成ゴム株式会社内